

DERWENT- 1987-350786  
ACC-NO:

DERWENT- 198750  
WEEK:

*COPYRIGHT 2006 DERWENT INFORMATION LTD*

TITLE: Mfg. titania-silica glass for telescopes etc. - by  
hydrolysing alkyl titanate, adding superfine silica  
powder, blending to form sol. gelling etc.

PATENT-ASSIGNEE: SEIKO EPSON CORP[SHIH]

PRIORITY-DATA: 1986JP-0096300 (April 25, 1986)

**PATENT-FAMILY:**

PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE	PAGES	MAIN-IPC
JP 62252330	A November 4, 1987	N/A	003	N/A

**APPLICATION-DATA:**

PUB-NO	APPL-DESCRIPTOR	APPL-NO	APPL-DATE
JP 62252330A	N/A	1986JP-0096300	April 25, 1986

INT-CL (IPC): C03B008/00, C03B020/00 , C03B037/01

ABSTRACTED-PUB-NO: JP 62252330A

**BASIC-ABSTRACT:**

Alkyl titanate is hydrolysed with basic reagent to give a fine TiO<sub>2</sub>-particles-contg. first soln.. Alkyl titanate is separately hydrolysed with acidic reagent and incorporated with super fine silica powder to give a second soln., after which the first and second solns. are blended together to give a sol soln. which is then gelled, dried and sintered to give a transparent glass prod..

ADVANTAGE - Easily provides under lower temp. large-sized TiO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub> glass by the sol-gel method without cracking.

**CHOSEN-DRAWING:** Dwg.0/0

**DERWENT-CLASS:** E32 L01

**CPI-CODES:** E31-P01; E35-K01; L01-A03C; L01-A05; L01-C06; L01-L05;

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

昭62-252330

⑬ Int.Cl.<sup>4</sup> 識別記号 庁内整理番号 ⑭ 公開 昭和62年(1987)11月4日  
C 03 B 8/00 7344-4G  
// C 03 B 8/02  
20/00  
37/016 8216-4G 審査請求 未請求 発明の数 1 (全3頁)

⑮ 発明の名称 ガラスの製造方法

⑯ 特 願 昭61-96300

⑰ 出 願 昭61(1986)4月25日

⑱ 発 明 者 中 島 好 啓 諏訪市大和3丁目3番5号 セイコーエプソン株式会社内

⑲ 出 願 人 セイコーエプソン株式 東京都新宿区西新宿2丁目4番1号  
会社

⑳ 代 理 人 弁理士 最 上 務 外1名

明 細 書

1. 発明の名称

ガラスの製造方法

2. 特許請求の範囲

(1)  $TiO_2-SiO_2$  ガラスを以下の工程で製造することを特徴とするガラスの製造方法。

a) アルキルチタネートを塩基性試薬で加水分解して得られるチタニア微粒子を溶液中に含む第一の溶液を合成する工程。

b) アルキルシリケートを酸性試薬で加水分解し、微粉末シリカを添加して得られる第二の溶液を合成する工程。

c) 前記第一の溶液と第二の溶液を混合し、ゾル溶液を得る工程。

d) 前記ゾル溶液を所定の容器に移しゲル化させてウェットゲルを得る工程。

e) 前記ウェットゲルを乾燥してドライゲルを得る工程。

f) 前記ドライゲルを焼結して透明ガラス体を得る工程。

3. 発明の詳細な説明

[産業上の利用分野]

本発明はガラスの製造方法に関する。

[従来の技術]

従来の  $TiO_2$  を含有するガラスの製造方法は、フレームハイドロリシス法を用い、 $SiO_2$  と  $TiO_2$  を原料とし特殊な炉を用いて、1750℃以上の高温で製造するというものであった。(D. C. Schultzら, "Amorphous Materials", John Wiley and Sons, Inc., New York and London (1972) P.453)

$TiO_2$  を含有するガラスは石英ガラスより、熱膨張係数が小さく、天体望遠鏡などに利用されている。

## 〔発明が解決しようとする問題点〕

しかし、前述の従来技術では、1750℃以上という高温処理が必要で、コストが高くなるという問題点を有する。

そこで本発明はこのような問題点を解決するもので、その目的とするところは、ゾル-ゲル法で、割れることなく大型の $\text{TiO}_2$ を含有するガラスを容易に提供するところにある。

## 〔問題点を解決するための手段〕

本発明のガラスの製造方法は、 $\text{TiO}_2$ - $\text{SiO}_2$ ガラスを以下の工程で製造することを特徴とする。

a) アルキルチタネートを塩基性試薬で加水分解して得られるチタニア微粒子を溶液中含む第一の溶液を合成する工程。

b) アルキルシリケートを酸性試薬で加水分解し、微粉末シリカを添加して得られる第二の溶液を合成する工程。

c) 前記第一の溶液と第二の溶液を混合し、ゾル

溶液を得る工程。

d) 前記ゾル溶液を所定の容器に移しゲル化させてウェットゲルを得る工程。

e) 前記ウェットゲルを乾燥してドライゲルを得る工程。

f) 前記ドライゲルを焼結して透明ガラス体を得る工程。

## 〔実施例〕

精製した市販の無水エタノール1025 ml, アンモニア水(29%) 13 ml, 水158 mlの均一溶液を調製し、前記均一溶液にチタニウム- $\alpha$ -ブトキシド683 mlを添加し、2時間激しく攪拌した後、冷暗所にて一晩静置してチタニア微粒子を成長させた。この溶液に水200 mlを添加した後減圧濃縮して260 mlとした。この濃縮液を2規定の塩酸を用いてpH値を4.5に調整した。この溶液を以下第一の溶液という。前記第一の溶液には0.40  $\mu\text{m}$ の平均粒径をもつチタニア微粒子が160 g含まれている。(チタニア微粒子濃度

約0.60 g/ml, 計算値)

別に、精製した市販のエチルシリケート5010 mlに0.2規定の塩酸3676 mlを加え、激しく攪拌して加水分解した後、前記加水分解溶液に微粉末シリカ1650 gを添加し、1時間攪拌した。その後、28 KHzの超音波照射による分散を1時間行った。この溶液を以下第二の溶液という。

第1表に示すような製造条件で、前記第一の溶液と第二の溶液を混合し、その後0.1規定のアンモニア水で、pH4.0に調整し、ゾル溶液を作製した。前記ゾル溶液をポリプロピレン製の容器(幅40 cm×40 cm×高さ10 cm)に厚み1 cmに移し入れ、フタをして密閉した。pH調整してから2時間後にゲル化が起こり、ウェットゲルが得られた。

前記ウェットゲルを密閉状態のまま2日間熟成し、その後0.4%の開孔率をもったフタにとりかえ60℃で乾燥させたところ14日間で、室温に放置しても割れない安定なドライゲルが得られ

た。

第 1 表

	第一の溶液 (ml)	第二の溶液 (g)
試料 1	1	1998
" 2	10	1980
" 3	30	1940
" 4	50	1900
" 5	100	1800

次に前記ドライゲルを焼結炉に入れ、昇温速度30℃/hrで300℃から2000℃まで加熱し、この温度で5時間保持し、つづいて2000℃から3000℃まで昇温速度30℃/hrで加熱し、この温度で5時間保持して脱吸着水を行った。つづいて昇温速度30℃/hrで3000℃から1050℃まで加熱し、この温度で30分間保持して脱炭素、脱塩化アンモニウム処理、脱水縮合反応の

促進処理を行った。つづいて昇温速度  $30^{\circ}\text{C}/\text{hr}$  で  $1250^{\circ}\text{C}$  まで加熱し、この温度で  $30$  分保持して閉孔化処理を行い、その後昇温速度  $60^{\circ}\text{C}/\text{hr}$  で  $1400^{\circ}\text{C}$  まで加熱し、この温度で  $1$  時間保持すると無孔化し、透明な試料が得られた。

各試料のドライゲル、ガラスの大きさ、 $\text{TiO}_2$  含有量、熱膨張係数を測定した結果を第2表に示す。

第2表から明らかな如く、本発明によるガラス（試料1～5）は、石英ガラスと比べ、熱膨張係数は、著しく低減されており（石英ガラスの熱膨張係数は、 $5.5 \times 10^{-7}$ ）、外観的には無色透明で、何ら問題はない。

第 2 表

試料	ドライゲルの大きさ (cm)	ガラスの大きさ (cm)	$\text{TiO}_2$ 含有量 (wt%)	熱膨張係数 ( $10^{-7}$ )
1	$3.5 \times 3.5 \times 0.6$	$2.6 \times 2.6 \times 0.5$	0.1	$5.0 \times 10^{-7}$
2	$3.6 \times 3.6 \times 0.6$	$2.8 \times 2.8 \times 0.5$	1.0	$3.0 \times 10^{-7}$
3	$3.6 \times 3.6 \times 0.6$	$2.8 \times 2.8 \times 0.5$	3.0	$2.0 \times 10^{-7}$
4	$3.6 \times 3.6 \times 0.6$	$2.9 \times 2.9 \times 0.5$	5.0	$5.0 \times 10^{-8}$
5	$3.7 \times 3.7 \times 0.6$	$3.0 \times 3.0 \times 0.5$	10.0	$1.0 \times 10^{-7}$

#### 〔発明の効果〕

以上述べたように、本発明によれば、アルキルチタネートを、塩基性試薬で加水分解して得られるチタニア微粒子を溶液中に含む第一の溶液と、アルキルシリケートを、酸性試薬で加水分解し、疎粉末シリカを添加して得られる第二の溶液とを、所定の割合で混合して得られるゾル溶液を所定の容器に移し入れてゲル化させてウエットゲルを作り、前記ウエットゲルを乾燥して多孔性のドライゲルとした後焼結することにより、 $\text{TiO}_2$  を含有するガラスを、従来に比べ、低温処理で得ることができるという効果を有する。また、本発明で得られる  $\text{TiO}_2$  -  $\text{SiO}_2$  ガラスは、石英ガラスに比べ、熱による伸縮が小さいので、集積度を高めるためのIC用基板、大口径望遠鏡への応用が考えられる。

以 上

出 願 人 セイコーエプソン株式会社

代 理 人 弁理士 最上 務 (他1名)